

Pupuk cair hasil samping proses asam amino (Haspramin)



© BSN 2006

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi i

Prakata ii

1. Ruang lingkup 1

2. Acuan normatif 1

3. Istilah dan definisi 1

4. Syarat mutu 1

5. Pengambilan contoh 1

6. Pengujian 1

7. Penandaan 8

8. Pengemasan 9

Bibliografi 10



Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) *Pupuk cair hasil samping proses asam amino (Haspramin)* merupakan revisi SNI 02-4958-1999 *Pupuk cair sisa proses asam amino (Sipramin)*, disusun berdasarkan Program Pemerintah khususnya dalam rangka perlindungan konsumen dan produsen pupuk serta mendukung perkembangan agro industri.

Standar ini dibahas dalam rapat konsensus di Jakarta pada tanggal 8 Desember 2004 yang dihadiri oleh instansi terkait, lembaga penguji, lembaga penelitian dan produsen pupuk.

Standar ini disiapkan oleh Panitia Teknis Kimia Organik dan Agrokimia.



Pupuk cair hasil samping proses asam amino (Haspramin)

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi ruang lingkup, acuan normatif, definisi, syarat mutu, pengambilan contoh, cara uji, syarat penandaan, dan pengemasan pupuk cair hasil samping proses asam amino (Haspramin).

2 Acuan normatif

SNI 19-0429-1994, *Petunjuk pengambilan contoh cairan dan semi padat*.

3 Istilah dan definisi

3.1

pupuk cair hasil samping proses asam amino (Haspramin)

pupuk cair yang dibuat dari hasil samping proses pembuatan asam amino

4 Syarat mutu

Tabel 1 Spesifikasi persyaratan mutu

No.	Jenis uji	Satuan	Persyaratan
1.	pH	-	4,0 – 8,0
2.	Total nitrogen	% (b/b)	Min. 4
3.	C organik	% (b/b)	Min. 4,5
4.	Cemaran logam		
	- Cadmium (Cd)	mg/kg	Maks. 10
	- Timbal (Pb)	mg/kg	Maks. 50
	- Raksa (Hg)	mg/kg	Maks. 1
	- Arsen (As)	mg/kg	Maks. 10

5 Pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 19-0429-200, *Petunjuk pengambilan contoh cairan dan semi padat*.

6 Pengujian

6.1 Preparasi contoh

Contoh sebelum diambil untuk pengujian harus dihomogenkan.

6.2 Cara uji

6.2.1 pH

6.2.1.1 Prinsip

Pengukuran pH menggunakan pH meter berdasarkan pengukuran aktifitas ion hidrogen dengan menggunakan metode pengukuran secara potensiometrik dengan elektroda gelas sebagai elektroda indikator dan elektroda kalomel sebagai elektroda pembanding.

6.2.1.2 Pereaksi

- larutan standar pH;
- larutan buffer kalibrasi 4, 7, 10.

6.2.1.3 Peralatan

- pH meter;
- elektroda gelas;
- elektroda kalomel atau perak klorida;
- pengaduk magnetik;
- gelas piala 250 mL.

6.2.1.4 Prosedur

- a) kalibrasi pH meter dengan larutan buffer pH 4,7, dan 10;

CATATAN kalibrasi dilakukan setiap kali akan melakukan pengukuran.

- b) celupkan elektroda yang telah dibersihkan dengan air suling ke dalam contoh;
- c) baca dan catat nilai pH.

6.2.2 Total nitrogen

6.2.2.1 Prinsip

Senyawa nitrogen diubah menjadi ammonium sulfat oleh H_2SO_4 pekat. Ammonium sulfat yang terbentuk diuraikan dengan NaOH. Amoniak yang dibebaskan direaksikan dengan standar asam dan kemudian dititar dengan larutan baku basa.

6.2.2.2 Pereaksi

- asam sulfat 93 – 98 %, bebas N;
- HgO atau logam Hg, bebas N;
- K_2SO_4 atau Na_2SO_4 anhidrat pa, bebas N ;
- Larutan 40 g K_2S teknis dalam 1 L H_2O atau 40 g Na_2S atau 80 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ dalam 1L air H_2O ;
- NaOH pelet atau larutan NaOH (larutkan 450 g NaOH dalam H_2O , dinginkan dan tambahkan air sampai 1 L (Bj larutan $\geq 1,36$);
- Zn granular;
- Indikator Merah Metil, larutkan 1g MM kedalam 200 mL alkohol;
- HCl 0,1 M atau H_2SO_4 0,05 M;
- NaOH 0,1M.

6.2.2.3 Peralatan

- alat penyulingan dan kelengkapannya;
- pemanas listrik;
- buret;
- neraca analitis.

6.2.2.4 Prosedur

- a) timbang dengan teliti 0,7 g - 2,2 g contoh siap uji, masukkan kedalam labu Kjeldahl;
- b) tambahkan 0,7 g HgO atau 0,65 g logam Hg, 15 g K₂SO₄ atau Na₂SO₄ anhidrat dan 25 mL H₂SO₄ pa. Jika contoh lebih besar dari 2,2 g, tambahkan 10 mL H₂SO₄ pada setiap g contoh;
- c) panaskan diatas penangas listrik dengan suhu rendah hingga tidak berbuih kemudian didihkan sampai larutan jernih;
- d) encerkan dengan 200 mL air suling yang dingin (< 25°C) kemudian tambahkan 25 mL larutan sulfit atau tiosulfat dan kocok sampai terbentuk endapan Hg;
- e) tambahkan sedikit Zn granular untuk menghindari bumping;
- f) tambahkan secara perlahan-lahan 37,5 g NaOH pelet atau larutan NaOH berlebihan;
- g) sulingkan sampai tertampung ≥150 mL destilat atau sampai NH₃ tersuling seluruhnya. Sebagai penampung gunakan larutan standar asam dengan 5 - 7 tetes indikator MM;
- h) titrasi dengan standar NaOH, kerjakan pula blanko.

6.2.2.5 Perhitungan

Dengan menggunakan larutan standar H₂SO₄

$$\text{Nitrogen total, \%} = \frac{[(V_1 \times 2 \times M_1) - (V_2 \times M_2)] \times 1,4007}{W}$$

Dengan menggunakan larutan standar HCl

$$\text{Nitrogen total, \%} = \frac{[(V_1 \times M_1) - (V_2 \times M_2)] \times 1,4007}{W}$$

dengan :

- | | |
|----------------|--|
| V ₁ | adalah volume larutan standar asam yang digunakan, mL; |
| V ₂ | adalah volume larutan standar NaOH, mL; |
| M ₁ | adalah molaritas larutan standar asam; |
| M ₂ | adalah molaritas NaOH; |
| 1,4007 | adalah berat atom nitrogen; |
| W | adalah berat contoh, g. |

6.2.3 C organik

6.2.3.1 Prinsip

C organik direaksikan dengan kalium dikromat berlebih dan asam sulfat. Kelebihan kalium dikromat dititrasi dengan larutan baku fero sulfat.

6.2.3.2 Pereaksi

- $K_2Cr_2O_7$ 1,0 N;
larutkan 49,04 g $K_2Cr_2O_7$ dengan air suling, masukan dalam labu ukur 1 L dan tepatkan sampai tanda tera dan homogenkan;
- Indikator barium difhenylamine sulfonat;
larutkan 0,16 gram dalam 100 mL air suling;
- Fero sulfat 0,5 N;
- H_2SO_4 pekat;
- H_3PO_4 pekat.

6.2.3.3 Peralatan

- buret 10 mL;
- timbangan analitik;
- erlenmeyer 500 mL;
- labu ukur 1 L;
- pipet ukur 10 mL.

6.2.3.4 Prosedur

- a) timbang dengan teliti sejumlah contoh yang mengandung 10 – 25 mg C organik, masukkan dalam Erlenmeyer 500 mL;
- b) tambahkan 10 mL larutan $K_2Cr_2O_7$ 1,0 N kemudian dengan hati-hati segera tambahkan 20 mL H_2SO_4 pekat dan segera erlenmeyer diputar selama 1 menit selanjutnya diamkan selama 30 menit;
- c) tambahkan 200 mL air suling, 10 mL H_3PO_4 pekat dan 0,5 mL indikator kemudian kocok dan biarkan dingin;
- d) titar dengan fero sulfat 0,5 N sampai titik akhir (warna hijau terang);
- e) jika fero sulfat kurang dari 4 mL yang digunakan, ulangi penetapan dengan contoh yang lebih sedikit;
- f) lakukan pengerjakan blanko.

6.2.3.5 Perhitungan

$$\text{Karbon Organik} = \frac{(V_2 - V_1) \times N \times 3}{W} \times 100\%$$

dengan:

- V_2 adalah Volume Fero Sulfat untuk titrasi blanko, mL;
 V_1 adalah Volume Fero Sulfat untuk titrasi contoh, mL;
 N adalah Normalitas larutan Fero Sulfat;
 3 adalah milligram setara karbon;
 W adalah berat contoh, mg.

6.2.4 Cemaran

6.2.4.1 Kadmium

6.2.4.1.1 Prinsip

Analisis kadmium dengan spektrometer serapan atom berdasarkan pada proses penyerapan energi radiasi atom pada panjang gelombang 228,8 nm.

6.2.4.1.2 Perekasi

- standar Cd;
- air suling bebas ion;
- asam nitrat;
- asam perklorat.

6.2.4.1.3 Peralatan

- spektrofotometer serapan atom (SSA) yang mempunyai panjang gelombang (190 – 870) nm dan lebar celah (0,2 – 0,7) mm.
- lampu katoda cekung Cd;
- labu ukur 100 mL;
- pipet volume 25 mL.

6.2.4.1.4 Penyiapan larutan contoh

Timbang teliti 1g contoh siap uji, masukkan ke dalam gelas piala 100 mL, larutkan dengan 10 mL HNO₃ dan 4 mL HClO₄, panaskan bertahap hingga timbul asap putih dari sisa larutan ± 1 mL, dinginkan lalu pindahkan secara kualitatif ke dalam labu ukur 250 mL, tepatkan dengan air suling sampai tanda tera, kocok sampai homogen kemudian saring dengan kertas saring whatman 40 ke dalam Erlenmeyer yang kering.

6.2.4.1.5 Prosedur

- buat deret standar Cd 0,0 ppm; 5,0 ppm; 10,0 ppm; 15,0 ppm ; dan 20 ppm Cd dalam labu ukur 100 mL, impitkan dengan air suling sampai tanda tera;
- pipet 25 mL larutan contoh (Penyiapan larutan contoh butir 6.2.4.1.4), ke dalam labu ukur 100 mL dan impitkan dengan air suling sampai tanda tera;
- siapkan peralatan SSA dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaannya untuk pengujian kadar kadmium (Cd);
- baca nilai kadar Cd pada panjang gelombang 228,8 nm.

6.2.4.1.6 Perhitungan

$$\text{Hg (mg/kg)} = \frac{C \times P}{W}$$

dengan:

- C adalah konsentrasi (mg/L) Hg hasil pengamatan;
 P adalah faktor pengenceran;
 W adalah bobot contoh (gr).

6.2.4.2 Timbal (Pb)**6.2.4.2.1 Prinsip**

Analisis timbal dengan spektrofotometer serapan atom berdasarkan pada proses penyerapan energi radiasi atom pada panjang gelombang 283,3 nm.

6.2.4.2.2 Perekasi

- standar Pb;
- air suling bebas ion.

6.2.4.2.3 Peralatan

- spektrofotometer serapan atom (SSA) yang mempunyai panjang gelombang 190-870 nm dan lebar celah 0,2-0,7 mm.
- lampu katoda cekung Pb;
- labu ukur 100 mL;
- pipet volume 25 mL.

6.2.4.2.4 Prosedur

- buat deret standar Pb 0,0; 5,0; 10,0; 15,0 dan 20,0 ppm Pb ke dalam labu ukur 100 mL, impitkan dengan air suling sampai tanda tera;
- pipet 25 mL larutan contoh (Penyiapan larutan contoh butir 6.4.1.4), ke dalam labu ukur 100 mL dan impitkan dengan air suling sampai tanda tera;
- siapkan peralatan SSA dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaannya untuk pengujian kadar timbal (Pb);
- baca nilai kadar Pb pada panjang gelombang 283,3 nm.

6.2.4.2.5 Perhitungan

$$\text{Pb (ppm)} = \frac{C \times P}{W}$$

dengan :

C adalah konsentrasi (ppm) Pb hasil pengamatan;
 P adalah faktor pengenceran;
 W adalah bobot contoh (gr).

6.2.4.3 Raksa (Hg)**6.2.4.3.1 Prinsip**

Raksa dioksida menjadi ion raksa, ion raksa kemudian direduksi menjadi logam raksa, dilanjutkan dengan analisa serapan atom uap dingin pada panjang gelombang 253,7 nm.

6.2.4.3.2 Pereaksi

- larutan standar Hg;
- air suling bebas Hg;
- asam nitrat pekat;
- larutan KMnO_4 50 g/L;
- larutan H_2SO_4 (1+1);
- larutan $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 50 g/L;
- larutan hidroksilamonium klorida;
larutkan 8 g hidroksilamonium klorida dengan air suling menjadi 100 mL;
- larutan SnCl_2 ;
timbang 10 g $\text{SnCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ tambahkan 60 mL H_2SO_4 (1+20). Larutkan dipanaskan sambil diaduk, sesudah dingin tambahkan air suling menjadi 100 mL.

6.2.4.3.3 Peralatan

- spektrofotometer serapan atom (SSA) yang mempunyai panjang gelombang 190 – 870 nm dan lebar celah (0,2 – 0,7 mm);
- merkuri vapour unit (MVU);
- lampu katoda cekung Hg;
- labu ukur 100 mL.

6.2.4.3.4 Prosedur

- buat deret standar Hg 0,0; 0,1; 2,0; 5,0; dan 10,0 µg Hg ke dalam labu pereaksi, tambahkan air suling ke dalam masing-masing labu sampai 100 mL;
- timbang sejumlah contoh masukkan dalam gelas piala 250 mL. Tambahkan air suling 150 mL;
- tambahkan 20 mL H₂SO₄ (1+1), 5 mL HNO₃ dan 20 mL larutan KMnO₄, kocok dan diamkan selama 15 menit. Bila warna KMnO₄ hilang, tambahkan sedikit demi sedikit larutan KMnO₄ sampai larutan berwarna ungu selama 15 menit;
- tambahkan 10 mL larutan K₂S₂O₈ dan panaskan di atas penangas air 95°C selama 2 jam, dinginkan sampai suhu ruangan;
- ditambahkan 10 mL larutan hidroksilamonium klorida untuk mereduksi kelebihan permanganat, sampai warna ungu tepat hilang;
- masukkan dengan cepat dalam labu, tambahkan air suling menjadi 250 mL dan tambahkan 10 mL larutan SnCl₂ dan segera hubungkan labu dengan peralatan aerasi membentuk sistem tertutup dengan peralatan SSA;
- baca nilai kadar Hg pada panjang gelombang 253,3 nm.

6.2.4.3.5 Perhitungan

$$\text{Hg (ppm)} = \frac{C \times P}{W}$$

dengan:

- C adalah konsentrasi (ppm) Hg hasil pengamatan,
 P adalah faktor pengenceran,
 W adalah bobot contoh (g).

6.2.4.4 Arsen (As)

6.2.4.4.1 Prinsip

Contoh didestruksi dengan asam menjadi larutan arsen. Larutan As⁵⁺ direduksi dengan KI menjadi As³⁺ dan direaksikan dengan NaBH₂ atau SnCl₂ sehingga terbentuk AsH₃ yang kemudian dibaca dengan SSA pada panjang gelombang 193,7 nm.

6.2.4.4.2 Pereaksi

- asam klorida (1+1);
- HNO₃;
- H₂SO₄ (1+1);
- larutan KMnO₄ (3 g/L);
larutkan 0,3 g KMnO₄ dengan air suling hingga 100 mL;
- kalium iodida 20 %;
timbang 20 g KI ke dalam labu ukur 100 mL dan impitkan dengan air suling (larutan harus dibuat langsung sebelum digunakan).
- timah klorida 10 %;
timbang 50 g SnCl₂·2H₂O ke dalam gelas piala 200 mL. Tambahkan 100 mL HCl 37 %. Panaskan hingga larutan jernih. Dinginkan, kemudian tuangkan ke dalam labu ukur 500 mL dan impitkan dengan air suling.
- butiran seng;
- larutan besi (III) (10 mg Fe/mL);
larutkan 5 g besi (III) klorida hexahidrat dan, tambahkan 5 mL HCl dalam air suling menjadi 100 mL

- larutan standar arsen 1000 mg/L;
larutkan 1,3203 g As_2O_3 kering dalam sedikit NaOH 20%, kemudian netralkan dengan HCl 1 : 3 atau HNO_3 . Masukkan ke dalam labu ukur 1 liter dan impitkan dengan air suling.
- larutan standar arsen 100 mg/L;
Pipet 10 mL larutan standar kedalam labu ukur 100 mL dan impitkan dengan air suling.
- larutan deret standar arsen 10, 20, 30, 40, dan 50 ppm.
Pipet 0,5; 1; 1,5; 2 dan 2,5 mL larutan standar arsen 1000 ppm ke dalam labu 50 mL dan impitkan dengan air suling (larutan harus dibuat baru).

6.2.4.4.3 Peralatan

- spektrofotometer serapan atom;
- lampu arsen;
- generator (HVG);
- tabung reaksi atau "auto sampler";
- Hydride Vapor Unit (HVV).

6.2.4.4.4 Prosedur

- hubungkan generator HVG pada SSA berikut kelengkapannya;
- nyalakan alat;
- atur kondisi alat sesuai dengan instruksi kerja alat;
- timbang sejumlah contoh, masukkan dalam gelas piala 250 mL, tambahkan 1 mL H_2SO_4 (1+1) dan 2 mL HNO_3 dan beberapa tetes KMnO_4 sampai larutan berwarna;
- panaskan diatas pemanas sampai menghasilkan asap putih, biarkan sampai suhu ruangan;
- tambahkan 4 mL HCl (1+1), larutkan residu dengan pemanasan hati-hati, dinginkan dan pindahkan ke dalam tabung arsen;
- tambahkan 4 mL KI 20 %, 2 mL SnCl_2 dan 1 mL besi (III), kocok dan biarkan selama 15 menit;
- tuangkan larutan diatas ke dalam tabung (auto sampler);
- tuangkan deret standar arsen 5; 10; 15; 20 dan 25 ppb serta blanko ke dalam 6 tabung (auto sampler). Nyalakan burner serta tombol pengatur aliran pereaksi dan aliran contoh;
- baca nilai absorbansi tertinggi dari standard an contoh dengan blanko sebagai koreksi;
- hitung kandungan arsen dari contoh.

6.2.4.4.5 Perhitungan

$$\text{As (mg/kg)} = \frac{C \times P}{W}$$

dengan :

- C adalah konsentrasi (mg/L) As hasil pengamatan;
P adalah faktor pengenceran;
W adalah bobot contoh (g).

7 Penandaan

Pada setiap kemasan dibawah 100 L dicantumkan sekurang-kurangnya:

- nama produk/nama dagang.
- kadar unsur
- isi bersih, nama, alamat, dan lambang produsen atau importir.

8 Pengemasan

Produk dikemas dalam wadah yang tertutup rapat, tidak dipengaruhi dan mempengaruhi isi, aman selama penyimpanan dan pengangkutan.



Bibliografi

Agus Sofyan dkk. *Pengaruh sipramin terhadap hasil dan mutu tanaman pangan serta dampaknya terhadap tanah.*

F.J. Welcherr, Standar Methods Chemical Analysis, Sixth Edition, volume 2, Part B, 1963.

JIS – Hand Book Environmental Technology, Japanese Standards Association 4-1-24, Akasaka, Minato-ku, Tokyo, Japan, 2002; JIS K 0102 – 54; 55; 61 dan 66.

Horwitz, W et al : Official Methods of Analysis of AOAC International.. 17th Edition, USA, 2000, 2.4.03.C.

Methods of Soil Analysis Part 2 Chemical and Microbiological Properties. Second Edition, Madison, Wisconsin USA, 1982.

Procedures for Soil Analysis, International Soil Reference and Information Center, Den Haag, 1993.







BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.or.id